

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



EP 0 881 324 A2 (11)

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

02.12.1998 Patentblatt 1998/49

(21) Anmeldenummer: 98108748.9

(22) Anmeldetag: 14.05.1998

(51) Int. Cl.6: **D06P 1/00**, D06L 3/12

(84) Benannte Vertragsstaaten: AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE Benannte Erstreckungsstaaten: AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 26.05.1997 DE 19721906 25.08.1997 DE 19736923

(71) Anmelder: BAYER AG 51368 Leverkusen (DE) (72) Erfinder:

- · Kümmeler, Ferdinand 51371 Leverkusen (DE)
- · Walz, Klaus, Dr. 51381 Leverkusen (DE)
- Pirkotsch, Michael 51381 Leverkusen (DE)
- · Pfeiffer, Josef 51381 Leverkusen (DE)
- · Lesszinsky, Fritz 51465 Bergisch Gladbach (DE)

Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthesefasern (54)

Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, können in einer Flotte gleichzeitig von diesen Avivagen befreit und eingefärbt werden. Die Flotte enthält als wesentliche Inhaltsstoffe

- a) anionische und/oder amphotere Tenside,
- b) Farbstoffe und
- c) gegebenenfalls weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole, Sorbitester und deren Oxalkylate, Fettsäureethanolamide, Alkylpolyglykoside und Lösungsmittel.

Die Behandlung wird bei pH 4,0 bis 7,5 bei 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis 1:5 bis 1:100 durchgeführt.

Printed by Xerox (UK) Business Services 2.16.6/3.4

FAS 20- Likerakir

Beschreibung

45

50

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren, das es bei Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, gestattet, in einem Arbeitsgang gleichzeitig diese Avivagen zu entfernen und solche Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien einzufarben. Hierzu werden die Fasern oder textilen Materialien mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside, b) einen oder mehrere Farbstoff(e) und c)gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglycoside und der Lösungsmittel enthalt. Diese Behandlung wird im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchgeführt.

Erfindungsgemäß zu behandelnde Synthesefasern sind beispielsweise Polyamidfasern, etwa aus Polyamid-6 (Perlon und andere) oder Polyamid-66 (Nylon und andere), Polyesterfasern, Polyurethanfasern und andere dem Fachmann bekannte sowie deren Gemische untereinander und ihre Gemische mit anderen Fasern pflanzlicher und tierischer Herkunft. In besonderer Weise betrifft das erfindungsgemäße Verfahren Fasern aus Polyamiden und aus Polyurethanen sowie deren Gemische untereinander und ihre Gemische mit Fasern pflanzlicher und tierischer Herkunft, in besonders bevorzugter Weise Fasern aus Polyamid, Polyurethan oder Polyamid/Polyurethan-Gemischen. Daraus hergestellte textille Materialien sind gezwirnte oder andere textilmechanisch behandelte Garne und Gewirke, Gestricke oder Gewebe daraus. Für manche Anwendungen, beispielsweise zur Herstellung von Strümpfen, werden kombinierte Garne eingesetzt, die beispielsweise eine Polyurethanfaser und eine gekräuselte oder ungekräuselte Polyamidfaser beinhalten.

Zur Erhöhung der Maschinengängigkeit für Fasern und daraus hergestellte Garne werden diese mit einer Avivage versehen, die sich dann auch in den daraus hergestellten textilen Materialien befindet. Im Bereich der Synthesefasern sind dies häufig Mineralöle oder Silikonöle. Diese Öle als Avivagen stören jedoch den Färbevorgang von Fasern, Garnen und textilen Materialien durch starke Fleckenbildung. Daher muß eine Mineralöl- oder Silikonöl-Avivage vor dem Färbevorgang durch eine Wäsche entfernt werden. Eine solche Vorwäsche ist grundsätzlich bekannt und wird in bekannten Apparaten durchgeführt. Der Nachteil dieser separat durchzuführenden Wäsche besteht einmal in dem Zeitaufwand (etwa 80-90 min für einen Waschvorgang), in der Notwendigkeit, separate Apparate für diesen Zweck vorzuhalten, im Personalaufwand für diesen separaten Vorgang, in der Entstehung von großen zusätzlichen Abwassermengen, die entsorgt werden müssen, sowie im Energieaufwand für das Aufheizen und Abkühlen in diesem separaten Vorgang. Erst danach ist der Färbevorgang möglich, der unter erneutem Aufwand der genannten Resourcen durchgeführt werden muß.

Es wurde nun gefunden, daß es möglich ist, die bisher separat durchgeführte Vorwäsche und den Färbevorgang mit einer Flotte gleichzeitig durchzuführen, wenn man eine Flotte zur Anwendung bringt, die neben einem oder mehreren Farbstoff(en) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside sowie gegebenenfalls einen oder mehreren weiteren Stoff(en) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester und deren Oxalkylaten, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglycoside und der Lösungsmittel enthält.

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfarben von Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man solche Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe

- a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside,
- b) einen oder mehrere Farbstoff(e) aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, Metallkomplexfarbstoffe und Dispersionsfarbstoffe und
- c) gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, der Sorbitester bzw. der Mannitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel

enthält und die Behandlung im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchführt.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist demnach gekennzeichnet durch das Einfarben von Avivage enthaltenden Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien. Hierbei wird die Entfernung von Mineralöl- bzw. Sili-konöl-Avivagen oder beiden und die Einfarbung in nur einer Flotte vorgenommen. Das erfindungsgemäße Verfahren wird unter den weiter unten angegebenen Bedingungen durchgeführt.

Geeignete amphotere Tenside für das erfindungsgemäße Verfahren sind Aminoxide, Betaine und Sulfobetaine, die einen C_{10} - C_{22} -Kohlenwasserstoffrest enthalten, oder deren Mischungen.

Bevorzugte amphotere Tenside sind Betaine der Formel

in der

5

15

25

X eine Einfachbindung oder die Gruppe -CO-NH-(C₂-C₃-Alkyl)- bedeutet und
R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl oder Hydroxyethyl darstellt.

Unter diesen Betainen sind solche der Formel

$$(C_{10}-C_{22}-Alkyl)$$
— $N(R^1)_2$ — CH_2COO^{Θ} (II).

Unter den Aminoxiden sind solche der Formel

(IV).

20 bevorzugt, in der

X, R¹ und R² die obige Bedeutung haben.

Besonders bevorzugte Aminoxide sind solche der Formel

(C₁₀-C₂₂-Alkyl)— N (R¹)₂→O

Einzelbeispiele für geeignete Betaine (II) sind: Dodecyl-dimethyl-betain, Kokosalkyldimethyl-betain, Tetradecyl-dimethyl-betain, Octadecyl-dimethyl-betain, Talkfettalkyldimethyl-betain, Oleyl-dimethyl-betain, Kokosalkyl-bis-hydroxyethyl-betain, Stearyl-bis-hydroxyethyl-betain, Talgfettalkyl-bis-hydroxyethyl-betain.

Einzelbeispiele für geeignete Aminoxide (IV) sind z.B. Dodecyl-dimethyl-aminoxid, Kokosalkyl-dimethyl-aminoxid, Tetradecyl-dimethyl-aminoxid, Octadecyl-dimethylaminoxid, Talgfettalkyl-dimethyl-aminoxid, Oleyl-dimethyl-aminoxid, Kokosalkyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid, Stearyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid, Talgfettalkyl-bis-hydroxyethyl-aminoxid.

Geeignete anionische Tenside sind beispielsweise Sulfatierungsprodukte von C₁₀-C₂₂-Alkanolen, -Alkenolen oder deren Umsetzungsprodukten mit 1-50 Einheiten Ethylenoxid (EO), bevorzugt 1-40 Einheiten EO. Diese sulfatierten Produkte können als Alkalimetall-, Erdalkalimetall-, Ammonium-, Amin- oder Ethanolamin-Salze vorliegen. Weitere anionische Tenside sind Seifen von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Mersolaten und Alkylbenzolsulfonsäuren, die in Form der obengenannten Salze vorliegen. Weitere geeignete anionische Tenside sind Polyethercarboxylate der Formeln C₈-C₂₀-Alk(en)yl-(O-CH₂-CH₂-)_x-O-CH₂-COO-M, worin X Zahlenwerte von 2-30, bevorzugt von 3-10, annimmt und M ein Äquivalent eines der obengenannten salzbildenden Kationen darstellt.

Amphotere und anionische Tenside der obengenannten Art werden vielfältig auf dem Gebiet der Textilbehandlung eingesetzt und sind dem Fachmann bekannt.

Mit Hilfe der genannten amphoteren und anionischen Tenside und gegebenenfalls der weiteren Stoffe gelingt es, die auf den obengenannten Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien enthaltenen Avivagen aus Mineralölen und Silikonölen oder deren Gemischen zu entfernen, ohne das gleichzeitig durchgeführte Einfärben der Synthesefasern oder der textilen Materialien zu stören. Es werden vielmehr überraschend Färbungen von hoher Einheitlichkeit erzielt. Mineralöl-Avivagen werden vielfach bei Polyamid- bzw. Polyester-Fasern eingesetzt, während Silikonöl-Avivagen vielfach bei Polyurethan-Fasern eingesetzt werden. Mineralöle sind beispielsweise Paraffinöle im Viskositätsbereich von 10-40 mPa.s; Silikonöle sind beispielsweise M-Öle im Viskositätsbereich von 3-100 mPa.s. Es hat sich herausgestellt, daß anionische Tenside bevorzugt in der Lage sind, Mineralöl-Avivagen abzuwaschen, während amphotere Tenside günstiger sind bei der Entfernung von Silikonöl-Avivagen. Für den Fall von Mischgeweben, beispielsweise Polyamid/Polyurethan oder Polyester/Polyurethan wird man daher bevorzugt Gemische aus anionischen und amphoteren Tensiden einsetzen.

Die Behandlungsflotte enthält ferner Farbstoffe, bevorzugt solche aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, der Metallkomplexfarbstoffe oder der Dispersionsfarbstoffe. All diese Farbstoffe sind dem Fachmann bekannt und bedürfen keiner näheren Erläuterung.

Die Behandlungsflotte enthält gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole und deren Ester mit niederen Carbonsäuren, bei-

spielsweise C_1 - C_4 -Carbonsäuren, bevorzugt Essigsäure, der Sorbitester bzw. Mannitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel.

Nichtionische Tenside sind beispielsweise Alkohole, etwa Alkohole aus der Fettchemie oder Oxoalkohole, oder Almine oder Carbonsäuren aus der Fettchemie mit 9-13 C-Atomen, die mit 3-10 Einheiten EO und gegebenenfalls zusätzlich mit 2-5 Einheiten Propylenoxid (PO) umgesetzt worden sind. Unter diesen Umsetzungsprodukten sind die Alkohole der genannten C-Atomzahl bevorzugt. Solche nichtionischen Tenside sind dem Fachmann bekannt und bedürfen keiner näheren Erläuterung.

Als Terpen-Kohlenwasserstoff sei beispielsweise Limonen, Orangenterpen, α-Terpinen, Balsam-Terpinöl B, Diterpen DS, Diterpen B, Diterpen A, Limonen DL, Piperitone, Pine Oil 70 genannt; als Terpen-Alkohol und Ester hiervon mit niederen Carbonsäuren sei beispielsweise Pineol Terpinylacetat, Terpineol genannt. Sorbitester bzw. Mannitester sind beispielsweise solche mit gesättigten oder ungesättigten C₁₂-C₁₈-Fettsäuren; gleichzeitig kommen deren Oxalkylate, beispielsweise mit 2-40 Einheiten EO und gegebenenfalls 2-10 Einheiten PO in Frage.

Fettsäureethanolamide haben beispielsweise einen Alkylrest mit 12-18 C-Atomen. Alkylpolyglykoside haben beispielsweise einen Alkylrest mit 8-12 C-Atomen. Als Lösungsmittel kommen beispielsweise Isopropanol, Methoxypropanol und andere dem Fachmann auf diesem Gebiet bekannte Lösungsmittel in Frage.

Bevorzugte Polyethercarboxylate sind beispielsweise Carboxy-methylierter Emulgator aus technischem Laurylal-kohol (C_{12} mit Anteilen bis C_{18}) mit 4 bis 8 mol EO; bevorzugte Alkylpolyglycoside haben 8-10 C-Atome; bevorzugte anionische Tenside sind C_{12} - C_{18} -Alkylsulfate mit 0-40 Einheiten Ethylenoxid. Bevorzugte nichtionische Tenside sind C_{9} - C_{13} -Alkohole mit 3-10 Einheiten Ethylenoxid. Bevorzugte Fettsäureethanolamide sind Gemische mit Alkylresten mit 12-18 C-Atomen.

In den erfindungsgemäßen Behandlungsbädern werden folgende Mengen der genannten Stoffe eingesetzt:

- a) anionische und/oder amphotere Tenside in einer Menge von 0,05-2 g/l Wasch-/Färbeflotte, bevorzugt 0,1-1 g/l, bei Verwendung von anionischen und amphoteren Tensiden im Gewichtsverhältnis beider von 9:1-1:9;
- b) 0,01-1 g/l eines oder mehrerer Farbstoffe für einen großen Bereich unterschiedlicher Farbtiefen, bevorzugt 0,03-0,3 g/l;
- c) 0-1 g/l anionisches Tensid und/oder 0-1 g/l Terpenkohlenwasserstoffe/Terpenalkohole/deren Ester und/oder 0-1 g/l Sorbitester/Mannitester/deren Oxalkylate und/oder 0-2 g/l Fettsäureethanolamide und/oder 0-1 g/l Alkylpolygly-koside und/oder 0-2 g/l Lösemittel.

Wenn gebrauchsfertige Gemische/Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c) vorrätig gehalten werden, setzt man solche Gemische/Kombinationen neben den Farbstoffen in einer Menge von 0,5 bis 3 g pro Liter Flotte ein.

Typische Flottenansätze daraus sind dann beispielsweise (ohne Farbstoffe):

25

30

35

40

45

50

0,2 g/l	amphoteres Tensid (I)	oder	0,4 g/l	Alkylpolyglucosid
0,2 g/l	anionisches Tensid (I)		0,4 g/i	anionisches Tensid (I)
0,06 g/l	Limonen		0,2 g/l	Fettsäuremonoethanolamid
0,06 g/l	nichtion. Tensid		Rest	Wasser
0,06 g/l	Lösemittel	k.		
Rest	Wasser	N .		

Die erfindungsgemäße Behandlung der Synthesefasern oder daraus hergestellten textilen Materialien mit einem Aufschlag an Avivage zur gleichzeitigen Durchführung von Einfärbungen wird im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei Flottenverhältnissen von 1:5 bis 1:100, bevorzugt 1:5 bis 1:10, durchgeführt. Hierzu kann man übliche Apparaturen, wie Breitwaschmaschinen, Trommelfärbemaschinen, Baumwollwaschmaschinen und Baumwollfärbeapparate einsetzen. Die Endtemperaturen werden nach Aufheizen von Raumtemperatur aus erreicht. Es wird mit Aufheizraten von 0.5 bis 8°C/min. gearbeitet.

Bevorzugte Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c), die neben dem Farbstoff oder den Farbstoffen in der Behandlungsflotte eingesetzt sind:

- (i) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne einen Gehalt an Terpenkohlenwasserstoffen/-alkoholen sowie mit oder ohne Lösungsmittel oder
- (ii) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne einen Gehalt an Fettsäureethanolamiden.

Beispiele

5

Beispiele 1-41 und I-IV

10

Erfindungsgemäße Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c), die ein erfindungsgemäß gleichzeitiges Einfärben erlauben (hier Vorversuche ohne Farbstoffe); angegeben wird in der letzten Spalte der Tabelle der nach erfindungsgemäßer Flottenbehandlung noch verbleibende Avivagegehalt (als Petrolether(PE)-Extrakt); zum Vergleich nicht behandelte Rohware. Die Rohware sind Strümpfe aus Polyamid/Polyurethan-Mischfaser Als Beispiele I bis IV werden Rohwaren mit verschiedenem Ursprungsgehalt an Avivage eingesetzt und der danach verbleibende Avivagegehalt angegeben. Die angegebenen Zusammensetzungen sind Konzentrate mit den angegebenen Teilen als Gewichtsteile oder in Gew.-%. Von diesem Konzentrat werden je 1 g/l Waschflotte eingesetzt.

In den Tabellen bedeuten:

- Betain 1 = Talgfett-bis(hydroxyethyl)-betain der Formel (II)
 - Tensid A = Cetylaminomethyl-phenol mit 15 Mol EO
 - Tensid B = C₁₂-C₁₈-Alkohol mit 30 Mol EO, sulfatiert, Na-Salz
 - Tensid C = Gemisch aus i-Tridecanol mit 3 Mol EO und i-Tridecanol mit 9 Mol EO
 - Betain 2 = Dimethyl-Kokosfettamin, mit CICH₂COONa zum Betain der Formel (II) umgesetzt
- 25 Tensid D = carboxymethylierter Laurylalkohol mit 11 Mol EQ
 - Tensid E = i-Tridecylalkohol mit 4 Mol EO
 - Tensid F = Dodecyl-benzolsulfonsäure-Ca-Salz (67 Tle. in 33 Tle. n-Butanol)
 - Tensid G = carboxymethylierter Laurylalkohol mit 6 Mol EO
 - Tensid H = Dodecylsulfat-Aminoethanol-Salz in Cyclohexanol/Methoxipropanol
- 70 Tensid I = Polyethersiloxan (Tegopren 5878 von Fa. Th. Goldschmidt)
 - Tensid J = Alkylpolyglycosid

(Fortsetzung am Ende der Tabellen)

35

40

45

50

STRUMPFWASCHMITTEL

Beispiel	Zusammensetzung	Strümpfe
ığı.	aus Lensiden a) und weiteren Stollen c)	PE-Extrakt
I Rohware		2,42
1	2,6 Tl.Milchsäure, 64 Tl.Betain, 8 Tl. Methoxipropanol; 8 Tl. Limonen, 16 Tl. Tensid A; 1,4 Tl. H ₂ O	1,66
2	1,3 Tl.Milchsaure; 64 Tl. Betain; 8 Tl.Methoxipropanol; 8 Tl.Limonen; 16 Tl.Tensid A; 2,7 Tl. H ₂ O	1,76
3	17,6 Tl.Limonen; 30,3 Tl.Betain; 10,1 Tl.Methoxipropanol; 30,3 Tl.Tensid B; 1,6 Tl.Milchsaure; 10,1 Tl.Tensid A	1,74
4	5,6 Tl.Orangenterpen, 16,7 Tl.Betain; 5,6 Tl.Methoxipropanol; 16,7 Tl.Tensid B; 5 Tl.Milchs@ure, 5,6 Tl.Tensid C; 44,8 Tl. H2O	1,59
5	5,7 Ti.Terpinylacetat K; 17 Ti.Betain, 5,7 Ti.Methoxipropanol, 17 Ti.Tensid B; 4 Ti.Milchsaure, 5,7 Ti.Tensid C; 44,9 Ti. H ₂ O	1,41
9	5,8 Tl.Alpha Terpinen; 17,3 Tl.Betain, 5,8 Tl.Methoxipropanol; 17,3 Tl.Tensid B; 2,2 Tl.Milchsaure; 5,8Tl.Tensid C, 45,8 Tl. H2O	1,36
7	5,7 Tl.Balsam-Terpinol B; 17,2 Tl.Betain; 5,7 Tl.Methoxipropanol; 17,2 Tl.Tensid B; 2,5 Tl.Milchsaure,; 5,7 Tl.Tensid C; 46,0 Tl.H ₂ O	1,33
8	5,8 Tl.Dipenten DS, 17,3 Tl.Betain, 5,8 Tl.Methoxipropanol, 17,3 Tl.Tensid B; 2,2 Tl.Milchsäure, 5,8 Tl.Tensid C, 45,8 Tl. H2O	1,35
6	5,6 Tl.Dipenten B; 16,7 Tl.Betain, 5,6 Tl.Methoxipropanol; 16,7 Tl.Tensid B; 5 Tl.Milchsture; 5,6 Tl.Tensid C; 44,8 Tl. H2O	1,35
10	5,8 Tl.Dipenten A; 17,3 Tl.Betain; 5,8 Tl.Methoxipropanol; 17,3 Tl.Tensid B; 2,2 Tl.Milchsaure; 5,8 Tl.Tensid C; 45,8 Tl. H2O	1,30
111	5,7 Tl.Limonen DL; 17,2 Tl.Betain; 5,7 Tl.Methoxipropanol; 17,2 Tl.Tensid B; 2,5 Tl.Milchsdure; 5,7 Tl.Tensid C; 46,0 Tl. H2O	1,26
12	5,7 Tl.Orangenölterpen; 17,2 Tl.Betain, 5,7 Tl.Methoxipropanol; 17,2 Tl.Tensid B; 2,5 Tl.Milchsaure, 5,7 Tl.Tensid C, 46,0 Tl. H ₂ O	66'0
13	5,4 Tl.Piperiton, 17 Tl.Berain, 5,4 Tl.Methoxipropanol, 17 Tl.Tensid B, 7,6 Tl.Milchsaure, 5,7 Tl.Tensid C, 43,1 Tl. H2O	1,24
14	5,4 Tl.Pine Oil 70 C, 16,3 Tl.Betain, 5,4 Tl.Methoxipropanol; 16,3 Tl.Tensid B; 7,8 Tl.Milehsaure, 5,4 Tl.Tensid C; 43,4 Tl. H2O	1,52
15	5,4 Tl. Terpineol, 16,3 Tl.Betain, 5,4 Tl.Methoxipropanol, 16,3 Tl.Tensid B; 7,8 Tl.Milchsaure, 5,4 Tl.Tensid C, 43,4 Tl. Tl. H ₂ O	1,58
II Rohware		3,76
16	19,7 II.Betain 2, 5,9 II.Methoxipropanol; 5,9 II.Limonen; 17.6 II.Tensid B; 5,9 II.Tensid C, 45,0 II. H2O	1,58
III Rohware		5,35
16a	19,7 Tl.Betain 2, 5,9 Tl.Methoxipropanol; 5,9 Tl.Limonen; 17,6 Tl.Tensid B, 5,9 Tl.Tensid C; 45,0 H ₂ O	2,08

5	%Si entf.		pH 4,5/98°C Färbebad																				pH 4,5/80°C	äsche		84	29	69
10	%PE	Extr.	pH 4,5/98°	1,43	1,37	1,54	1,56	1,65	1,35	1,22	1,56	1,66	1,53	1,71	1,94	2,28	1.29	1,40	1,76	1,50	1,41	1,41	pH 4,5	Vorw	2,45	1.08	1,4	1,67
15	Einsatz g/l			0,84 WAS	"	"	n	"	"	"	ŕ	×		11	"	£	:	:		"	"	"				-	1	1
20						41,7%Tensid D; 41,7%Tensid E; 13,3% Mineralöl (Fa. Esso); 3,3% Polydimethylsiloxan						(72 %)	0 (72 %)	(8)	l H	%Tensid L; 7,7%			29,1% Sorbitan-oleat; 29,1% Tensid K, 14,5% Na-laurat; 18,2% Tensid N; H2O (9,1 %)									
25	8 .					(sso); 3,3% P						ropanol; H2C	propanol; H2	ohol (C ₁₂ -C ₁	28,6%Tensic	laurat; 15,4		Tensid M)	18,2%Tensic		rensid M)							00
30	Zusammensetzun					neralöl (Fa. E					3 von Nr. 18)	urat; 8% Isor	aurat; 8% Iso	hn. Laurylalk	1% Na-laurat;	15,4% Na		· Umsatz von	% Na-laurat;		Umsatz von					opanol/H,0	n H ₂ O	1L/58,5 % H
35	Zusamm			В	-	id E; 13,3% Mi	F.	1			50%Tensid D; 50%Tensid F (Wiederholung von Nr. 18)	8% Sorbitan-laurat; 8%Tensid D; 4% Na-laurat; 8% Isopropanol; H ₂ O (72 %)	8% Sorbitan-stearat; 8%Tensid D; 4% Na-laurat; 8% Isopropanol; H ₂ O (72 %)	44,1%Tensid E; 44,1%Tensid H; 11,8% techn. Laurylalkohol (C12-C18)	28,6% Sorbitan-oleat; 28,6%Tensid D; 14,3% Na-laurat; 28,6%Tensid H	30,8% Sorbitan-oleat; 30,8%Tensid K; 15,4% Na-laurat; 15,4%Tensid L; Isopropyl-lactat	F	66,7% Tensid M; 33,3% Tensid F (50 %iger Umsatz von Tensid M)	Tensid K; 14,		66,7% Tensid M;33,3%Tensid F (62 %iger Umsatz von Tensid M)	ſī.				Octadecyldimethylaminoxid, 40%ig in Isopropanol/H ₂ O	Lauryldimethylaminbetain, entsalzt, 22%ig in H ₂ O	16,5% Lauryldimethylaminoxid/25% Tensid L/58,5 % H ₂ O
40				50% Tensid D; 50%Tensid E	50%Tensid F	D; 41,7%Tens	50% Tensid G; 50%Tensid F	50%Tensid E; 50%Tensid H	50%Tensid I; 50%Tensid H	50%Tensid J; 50%Tensid H	50%Tensid F	aurat; 8%Tens	tearat; 8%Ter	E; 44,1%Tens	in-oleat; 28,69	tan-oleat; 30	50% Tensid M; 50% Tensid F	M; 33,3%Ter	n-oleat; 29,19		M;33,3%Ten	80% Tensid M;20%Tensid F				ethylaminoxid	/laminbetain, e	dimethylamino
45				50% Tensid D	50%Tensid D; 50%Tensid F	41,7%Tensid	50% Tensid C	50%Tensid E,	50%Tensid I;	50%Tensid J;	50%Tensid D	8% Sorbitan-l	8% Sorbitan-s	44,1%Tensid	28,6% Sorbita	30,8% Sorbita: Isopropyl-lactat	50% Tensid N	66,7% Tensid	29,1% Sorbita	Tensid M	66,7% Tensid	80% Tensid N				Octadecyldim	Lauryldimethy	16,5% Lauryl
50	Nr.			17		19	20	21							28		30		32			35			IV	36		38

	Zusammensetzung	Pincotz all 0/DE 10/Ci ante	0% DE	J+ " 0 70
		Linsale 8/1	707	,000 cut.
			Extr.	
39	19,5% Octadecyldimethylaminbetain/19,5% Isobutanol/3,2% NaCl/57,8 % Mischung H2O/Isopropanol		1.24	81
40	40% Tensid O/40%Tensid H/20%Tensid P	1	1.61	88
41	20% Tensid O/60%Tensid H/20%Tensid L	1	1,53	74

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

Tensid K = Marlowet 1072

Tensid L = Ethylhexylalkohol mit 6 Mol PO

Tensid M = carboxymethyliertes Gemisch (1:1) aus Laurylalkohol mit 5 Mol EO und mit 7 Mol EO

Tensid N = Nonyl-/Undecylalkohol mit 5 Mol EO bzw. 5 Mol PO

Tensid O = Glucopon (65%ig)

C₁₂-C₁₈-Fettsäure-monoethanolamid

Tensid P =

waschaktive Substanz

WAS =

Beispiel 42

Strumpffärberei (bisheriges Verfahren)

5 Material:

Polyamid/Polyurethan

Maschine:

Trommelfärbemaschine (Dröll und Lohmann) mit Flotteneinspritzung und 700 Liter Flotteninhalt

Flottenverhältnis:

1:10 resp. 70 kg Material

Vorwäsche:

10

15

20

25

30

1 g/l Tensid N 1 g/l Soda kalziniert 25°C Starttemperatur: Aufheizungsgeschwindigkeit: 4°C/min 80°C Maximaltemperatur: Behandlungsdauer: 15' Flottenablaß 1.Spülbad bei 40°C Ablassen/Schleudern 2. Spūlbad bei 40°C Ablassen/Schleudern Gesamtdauer: 80-90 min.

<u>Färbung:</u>

0,5 g/l

Entschäumermischung mit Mineralöl

1 g/l

Talgsulfonat-Na-Salz mit Oleylalkohol mit 19 EO

4 % Egalisierungsmittel aus Alkylaminomethylphenol mit 15 EO und Kondensat aus Nonylphenol, Formaldehyd und Hexamethylendiamin mit 60 Mol EO

0,5 g/l Mononatriumphosphat 0,25 ml/l Essigsäure 80%ig } pH 6,5

45

40

50

0,004 %	Telon Gelb 3RL micro	oder	A.Y. 240	oder	A.Y. 242 = Gelb A3RL
0,002 %	Telon Rot FRL micro		A.R. 337		A.R 299 = Rubin ASB
0,0021 %	Telon Blau BRL micro		A.B. 324		A.B. 264 = Blau AFN

55

Starttemperatur:25°C

Heizgeschwindigkeit: 1°C/min Maximaltemperatur:

5

10

Färbezeit bei 98°C:

30 min.

+ 30 min

Abkühlen, Ablassen, Spülen, evti. Nachbehandeln zur Echtheitsverbesserung, Avivieren.

Gesamtdauer: 103 - 120 min.

Beispiel 43

Strumpffärberei (erfindungsgemäßes Verfahren)

Material:

Polyamid/Polyurethan

Maschine:

Trommelfärbemaschine (Dröll und Lohmann) mit Flotteneinspritzung und 700 Liter Flotteninhalt

Flottenverhältnis:

1:10 resp. 70 kg Material

Waschen und Färben (einbadig)

25 1 g/l Erfindungsgemäßes Mittel nach Beispiel 16

0,5 g/l

Entschäumermischung mit Mineralöl

1 g/l

Talgsulfonat-Natriumsalz mit Oleylalkohol mit 19EO

4%

Egalisiermittel wie in Beispiel 42

0,5 g/l 0,25 ml/l Mononatriumphosphat Essigsäure 80%ig

0,004%

50

55

Telon Gelb 3RL micro

0,002 % 0.0021% Telon Rot FRL micro Telon Blau BRL micro

Starttemperatur: Heizgeschwindigkeit:

25°C 1°C/min

Maximaltemperatur:

98°C

Färbezeit bei 98°C:

30 min, + 30 min

Abkühlen, Ablassen, Spülen, evtl. Nachbehandeln zur Echtheitsverbesserung, Avivieren. Gesamtdauer: 103 - 120 min.; Einsparung 80 - 90 min.

Patentansprüche

- 1. Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthesefasern oder daraus hergestellten tei-45 len Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, dadurch gekennzeichnet, daß man solche Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien mit einer wäßrigen Flotte behandelt, die als wesentliche Inhaltsstoffe
 - a) ein oder mehrere Tensid(e) aus der Gruppe der anionischen und amphoteren Tenside,

b) einen oder mehrere Farbstoff(e) aus der Gruppe der Säurefarbstoffe, Metallkomplexfarbstoffe und Dispersionsfarbstoffe und

c) gegebenenfalls einen oder mehrere weitere Stoff(e) aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe, der Terpenalkohole, der Sorbitester bzw. der Mannitester und deren Oxalkylate, der Fettsäureethanolamide, der Alkylpolyglykoside und der Lösungsmittel

enthält und die Behandlung im pH-Bereich von 4,0 bis 7,5, bei Endtemperaturen im Bereich von 80-110°C und bei

einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:100 durchführt.

- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei einem Flottenverhältnis von 1:5 bis 1:10 gearbeitet wird.
- 3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoteres Tensid ein Betain der Formel

$$\bigoplus_{\text{Cl}_{10}\text{-C}_{22}\text{-Alk(en)yl)}} \bigoplus_{\text{X-N}} (R^1,R^2)\text{-(Cl}_{1}\text{-Cl}_{4}\text{-(Hydroxy)Alkylen)}\text{-COO}^{\Theta}$$
(I),

10 in der

5

15

20

25

30

35

X eine Einfachbindung oder die Gruppe -CO-NH-(C2-C3-Alkyl)- bedeutet und

R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl oder Hydroxyethyl darstellt,

eingesetzt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoteres Tensid ein Betain der Formel

$$(C_{10}-C_{22}-Alkyl)$$
— $N(R^1)_2$ — CH_2COO^{Θ} (II)

eingesetzt wird.

 Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als amphoteres Tensid ein Aminoxid der Formel

eingesetzt wird, in der

X, R¹ und R² die in Anspruch 3 genannte Bedeutung haben.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Aminoxid eines der Formel

$$(C_{10}-C_{22}-Alkyl) - N(R^1)_2 \rightarrow O$$
 (IV)

eingesetzt wird.

- 7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Flotte neben dem oder den Farbstoff(en) eine der folgenden Kombinationen aus Tensiden a) und weiteren Stoffen c) enthält:
 - (i) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole sowie mit oder ohne Lösungsmittel oder
 - (ii) Betaine oder Aminoxide, anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Fettsäureethanolamide,
 - (iii) anionische Tenside, ein oder mehrere nichtionische Tenside und mit oder ohne Fettsäureethanolamide.

*5*5

50



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) EP 0 881 324 A3

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3: 01.12.1999 Patentblatt 1999/48

(43) Veröffentlichungstag A2: 02.12.1998 Patentblatt 1998/49

(21) Anmeldenummer: 98108748.9

(22) Anmeldetag: 14.05.1998

(51) Int. Cl.⁶: **D06P 1/00**, D06L 3/12, D06P 1/613, D06P 1/62, D06P 1/64, D06P 1/642, D06P 1/647, D06P 1/649, D06P 1/651

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 26.05.1997 DE 19721906 25.08.1997 DE 19736923

(71) Anmelder: BAYER AG 51368 Leverkusen (DE) (72) Erfinder:

- Kümmeler, Ferdinand
 51371 Leverkusen (DE)
- Walz, Klaus, Dr.
 51381 Leverkusen (DE)
- Pirkotsch, Michael
 51381 Leverkusen (DE)
- Pfeiffer, Josef
 51381 Leverkusen (DE)
- Lesszinsky, Fritz
 51465 Bergisch Gladbach (DE)
- (54) Verfahren zum gleichzeitigen Avivage-Entfernen und Einfärben von Synthesefasern
- (57) Synthesefasern oder daraus hergestellte textile Materialien, die mit Mineralöl-Avivagen, Silikonöl-Avivagen oder beiden beaufschlagt sind, können in einer Flotte gleichzeitig von diesen Avivagen befreit und eingefärbt werden. Die Flotte enthält als wesentliche Inhaltsstoffe
 - a) anionische und/oder amphotere Tenside,
 - b) Farbstoffe und
 - c) gegebenenfalls weitere Stoffe aus der Gruppe der nichtionischen Tenside, der Terpenkohlenwasserstoffe/-alkohole, Sorbitester und deren Oxalkylate, Fettsäureethanolamide, Alkylpolyglykoside und Lösungsmittel.

Die Behandlung wird bei pH 4,0 bis 7,5 bei 80-110°C und bei einem Flottenverhältnis 1:5 bis 1:100 durchgeführt.



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 98 10 8748

	EINSCHLÄGIGE			<u> </u>				
Kategorie	Kennzeichnung des Dokum der maßgeblich	ents mit Angabe, soweit erforderlich, en Telle	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.CI.6)				
A	DE 15 19 519 A (GLA 15. Januar 1970 (19 * Ansprüche *		1	D06P1/00 D06L3/12 D06P1/613 D06P1/62				
Α	GB 2 079 328 A (SAN 20. Januar 1982 (19 * Ansprüche *	DOZ LTD) 82-01-20)	1	D06P1/64 D06P1/642 D06P1/647 D06P1/649				
Α	DE 21 48 701 A (IMP INDUSTRIES LTD.) 30. März 1972 (1972 * Ansprüche *		1	D06P1/651				
Α	CHEMICAL ABSTRACTS, 7. Oktober 1974 (19 Columbus, Ohio, US; abstract no. 79299, NAMIKI, HIROSHI ET fabrics composed of XP002117834	74-10-07) AL: "Dyeing textile	1					
	* Zusammenfassung * & JP 48 042274 B (T 11. Dezember 1973 (EIJIN LTD.)		RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)				
Dervo	ortiegende Recherchenbericht wu	rde für alle Patentansprüche erstellt						
	Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prûfer				
	DEN HAAG	6. Oktober 1999	Her	rmann, J				
X : von Y : von and A : tect O : nicl	ATEGORIE DER GENANNTEN DOK besonderer Bedeutung allein betrach besonderer Bedeutung in Verbindung eren Veröffentlichung derseilben Kate nologischer Hintergrund htschriftliche Offenbarung schenfiteratur	tet E: ätteres Patentd nach dem Annw mit einer D: in der Anmeldu gorie L: aus anderen Gr	L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument A: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmend					

EPO FORM 1503 03.62 (POIC03)

ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 98 10 8748

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

06-10-1999

	Recherchenberio Ihrtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichur
DE	1519519	Α	15-01-1970	FI NL	45031 B 6605393 A	30-11-197 31-10-196
GB	2079328	Α	20-01-1982	DE FR IT . JP	3124961 A 2486116 A 1209873 B 57042988 A	09-09-198 08-01-198 30-08-198 10-03-198
DE	2148701	A	30-03-1972	GB AU BE BE CA DE FR GB NL US IT IT ZA ZA	1361209 A 3396871 A 3397071 A 773289 A 773290 A 968103 A 2148702 A 2108229 A 2108066 A 1335984 A 7113287 A 7113288 A 3838967 A 938854 B 970551 B 7106268 A 7106269 A	24-07-197 05-04-197 05-04-197 29-03-197 29-03-197 27-05-197 06-04-197 12-05-197 31-10-197 04-04-197 04-04-197 20-04-197 20-04-197 31-05-197 31-05-197
JP	48042274	В	11-12-1973	KEI		

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82